

表 2 重复性限

$w_{As}/\%$	0.009 9	0.049 0	0.102 0
$r/\%$	0.001 0	0.003 0	0.005 0

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得:

表 3 再现性限

$w_{As}/\%$	0.009 9	0.049 0	0.102 0
$R/\%$	0.001 0	0.003 0	0.008 0

8 质量保证和控制

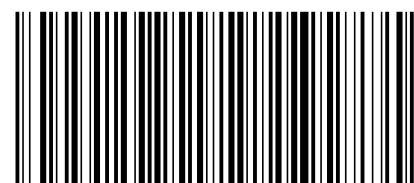
应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

无铅锡基焊料化学分析方法

第 8 部分:砷含量的测定

砷锑钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of lead-free tin-based solders—
Part 8: Determination of arsenic content—
Molybdenum antimony arsenate blue spectrometric method



YS/T 746.8-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-21536

定价: 14.00 元

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行业标准
无铅锡基焊料化学分析方法
第8部分：砷含量的测定
砷锑钼蓝分光光度法
YS/T 746.8—2010

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷
*
书号：155066·2-21536 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料置于100 mL烧杯中，加入8 mL硫酸(3.2)、2 mL过氧化氢(3.3)，混匀，待作用停止后，加热溶解并蒸发至冒硫酸白烟。取下稍冷。用2 mL硫酸(3.4)沿杯壁把残余的单体硫洗下，继续加热至试液体积约5 mL，取下冷却。

5.4.2 用水移入100 mL容量瓶中，并用水稀释至刻度，混匀。按表1分取试液于150 mL发生瓶中。

注：当As≤0.005 0%时，直接将试料置于150 mL发生瓶中溶解。

5.4.3 补加水至25 mL，加入8 mL硫酸(3.4)、2 mL氯化亚锡溶液(3.9)、5 mL酒石酸溶液(3.8)，每加入一种试剂需摇匀，放置5 min。

5.4.4 加入7 g无砷锌粒，按图1迅速连接吸收装置，用预先加有15 mL吸收液(3.10)的25 mL吸收管吸收逸出的砷化氢，发生30 min。

5.4.5 取下吸收管，加入5 mL显色液(3.15)，用水洗净导气管并稀释至刻度，混匀，放入50℃±5℃的热水浴中显色10 min，冷却至室温。

5.4.6 将部分溶液移入3 cm比色皿中，以试样空白为参比，于分光光度计波长700 nm处测量其吸光度。分别从工作曲线上查出相应的砷量。

5.4.7 工作曲线的绘制：

移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL砷标准溶液(3.17)，置于一组150 mL发生瓶中，补加水至25 mL，以下按5.4.3~5.4.6进行。

以砷量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

砷含量以砷的质量分数 w_{As} 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_{As} = \frac{m_1 \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的砷量，单位为微克(μg)；

V ——试液定容体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升(mL)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后四位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过5%，重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得：

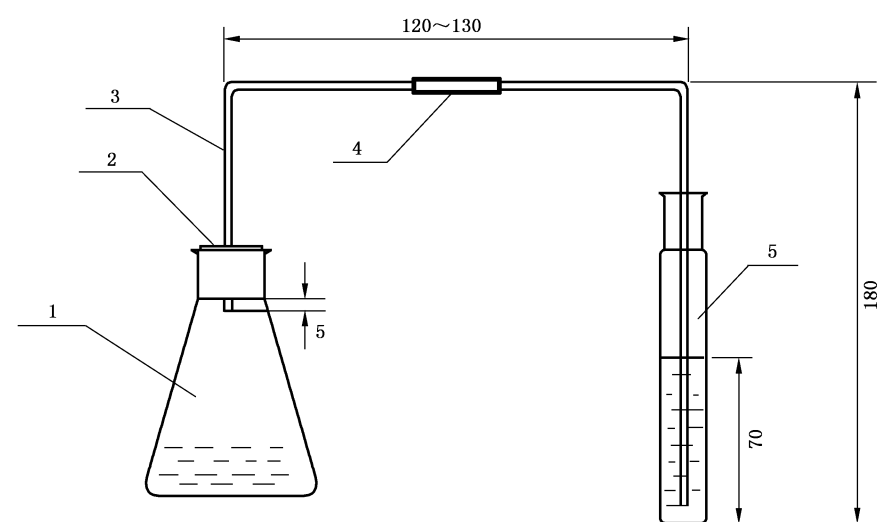
3.17 砷标准溶液:移取 25.00 mL 砷标准贮存溶液(3.16),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 5 μg 。

4 仪器

4.1 砷化氢发生及吸收装置(见图 1)。

4.2 分光光度计。

单位为毫米



- 1—发生瓶(150 mL 锥形瓶);
2—橡皮塞;
3—玻璃导管;
4—乳胶管;
5—吸收管(25 mL 比色管)。

图 1 砷化氢气体发生装置

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

砷的质量分数/ %	分取试液量/ mL
0.005 0~0.050 0	10.00
>0.050 0~0.100 0	5.00

5.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

前 言

YS/T 746《无铅锡基焊料化学分析方法》共分为 17 部分:

- 第 1 部分 锡含量的测定 焦性没食子酸解蔽-硝酸铅滴定法
- 第 2 部分 银含量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫氰酸钾电位滴定法
- 第 3 部分 铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫代硫酸钠滴定法
- 第 4 部分 铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 5 部分 铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法
- 第 6 部分 锑含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分 铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分 砷含量的测定 砷锑钼蓝分光光度法
- 第 9 部分 锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法
- 第 10 部分 铝含量的测定 电热原子吸收光谱法
- 第 11 部分 镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分 铟含量的测定 Na_2EDTA 滴定法
- 第 13 部分 镍含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 14 部分 磷含量的测定 结晶紫-磷钒钼杂多酸分光光度法
- 第 15 部分 锗含量的测定 水杨基荧光酮分光光度法
- 第 16 部分 稀土含量的测定 偶氮胂 III 分光光度法
- 第 17 部分 银、铜、铅、铋、锑、铁、砷、锌、铝、镉、镍、铟含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

本部分为第 8 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:云南锡业集团有限责任公司。

本部分参加单位:红河出入境检验检疫局、云南华联锌铟股份有限公司。

本部分主要起草人:解惠芳、江寨伸、王丽仙、王巨平、杨再云、任永园。